

# Producción y análisis de muestras de biodiesel para el proyecto de Cooperativa Cowichan Bio-Diesel Co-op en Alberta, Canadá

Departamento de Ingeniería Química, Industrial y de Alimentos

Asier Rodriguez Rios

Semestre de primavera - Curso 2018/2019

---

# Introducción

La idea de este proyecto surge por la necesidad de comenzar a estudiar el biodiesel procedente de otro proyecto, Cooperativa Cowichan Bio-Diesel Co-op en Alberta, Canadá. Desde este proyecto se solicita realizar un estudio y una producción de muestras de biodiesel. Este proyecto se dedica a crear e introducir un nuevo mercado en la zona de Santa Fe en Ciudad de México. Este nuevo mercado es el biodiesel, el cuál se pretende que sea sustentable. Además, esta cooperativa se centraría en fomentar la empleabilidad de los jóvenes sin recursos económicos, apoyando el desarrollo local.

Se decidió este biocombustible por varios aspectos. Antes de comenzar a explicar el proyecto explicaremos por qué hemos tomado la decisión de introducir el biodiesel en la Ciudad de México. Hagamos un estudio de la situación del país en el cual va a ser introducido, México. El mercado existente y el cuál sería el principal competidor con el biodiesel sería el del petróleo.

México es uno de los mayores productores de petróleo y otros líquidos del mundo. México también es el cuarto productor más grande de América después de los Estados Unidos, Canadá y Brasil, y un socio importante en el comercio de energía en los Estados Unidos. En 2015, México representó el 9 % de las importaciones de crudo de EE. UU, en otras palabras 688.000 barriles por día.

La producción de petróleo de México ha disminuido de manera constante desde 2005 como resultado de la disminución natural de la producción de Cantarell y otros grandes campos offshore. El sector petrolero generó solo el 6 % de las ganancias referentes a exportaciones en 2015, frente al 30 % en 2009, según el banco central de México. Este suceso se debe a que el porcentaje de gas natural en el consumo total de energía en México está aumentando y empezando a reemplazar al petróleo. Por esto, los aumentos proyectados en el consumo de gas natural implican que tengan en mente para el futuro que muchos nuevos ductos importen gas natural de los Estados Unidos. En la siguiente Figura podemos ver a que sectores pertenecen el consumo de energía de México en 2015. En la Figura 1 se puede observar que el país también ha establecido metas para aumentar la capacidad de generación de energía renovable.

Como se puede observar en la Figura 1, alternativas están empezando a suplir el consumo de petróleo en México, pero la cosa no acaba ahí. Se sigue extrayendo un porcentaje tremendo de este recurso fósil a pesar de su caída en este país. En la Figura 2 podemos observar una comparativa entre la producción de petróleo y el consumo dentro del país.

La respuesta a los resultados de la Figura 2 es la exportación. Las autoridades mexicanas informaron que el país exportó 1.17 millones de barriles al día de petróleo crudo en 2015, aunque está disminuyendo. En Estados Unidos aproximadamente el 59 % de las exportaciones de petróleo crudo provenía de México. Es probable que se deba a la proximidad de los dos países y a las refinerías sofisticadas de la Costa del Golfo de los Estados Unidos capaces de procesar crudos muy más pesados. En general, México se encuentra entre los principales

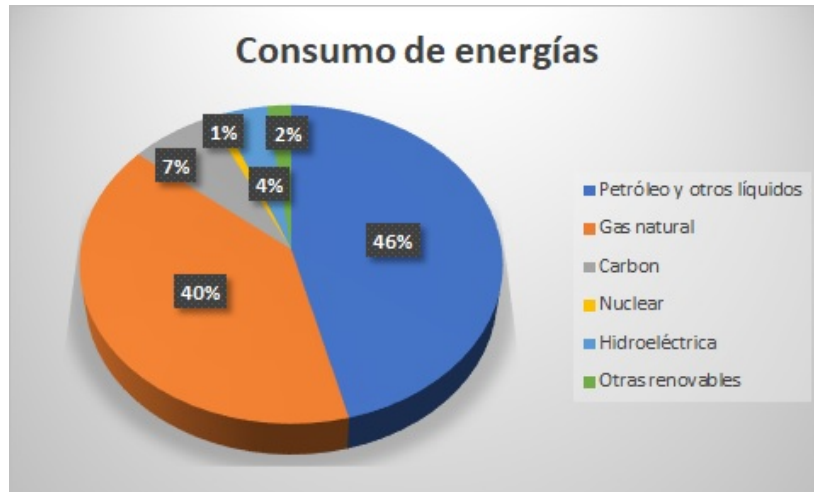


Figura 1: Consumo total de energía en México. [1]

exportadores de petróleo crudo a los Estados Unidos, detrás de Canadá, Arabia Saudí y Venezuela. En la Figura 3 se puede observar la posición de México respecto al resto de importadores de petróleo en los Estados Unidos. [1]

Y es que la dependencia de México con el petróleo es gigante. Hay datos que afirman que hay tantos coches como personas en la capital de España, Madrid. Esta dependencia quedó clara con el suceso acontecido durante los meses de enero y febrero. El país sufrió uno de los mayores parones automovilísticos de la historia en la Ciudad de México durante los meses de enero y febrero de 2019. Se habla de parón automovilístico debido a la solución que ofreció PEMEX ante la corrupción en su organización. El problema comenzó cuando PEMEX descubrió, que los denominados “Güachicoleros”, estaban ordeñando los ductos que abastecían las gasolineras de esta empresa. Estos “Güachicoleros” vendían la gasolina robada a un menor precio a las propias gasolineras de PEMEX y obtenían un gran beneficio.

La solución que se tomó fue el cierre de estos ductos. Por lo tanto, la única manera de abastecer las gasolineras era mediante camiones, pero esta opción no lograba abastecer y saciar el consumo en las gasolineras. Los más afectados fueron los habitantes de la Ciudad de México, los cuales tenían que permanecer en infinitas colas durante tres e incluso cuatro horas para poder llenar el depósito de su vehículo. De ahí surgió el parón automovilístico de esta ciudad.

Ante este suceso, se puede ver la dependencia de la ciudad por PEMEX y por sus combustibles. Pero en PEMEX solo existen dos tipos de combustibles, gasolina y diesel. De no ser así, hubiese existido otra alternativa para abastecer la Ciudad de México. Una alternativa hubiese sido el biodiesel.

Con todo esto se pretende demostrar que el biodiesel es un buen mercado a introducir para romper esta dependencia del petróleo y dejar de consumir este recurso fósil que está al borde de su exterminio de seguir con estas estadísticas. Otro factor el cuál influyó en la decisión fueron las emisiones de  $CO_2$  producidas por el petróleo en Norte América. Para demostrar que estas emisiones disminuirían con la entrada del biodiesel, pongamos en comparación las emisiones de Europa, donde existe el mercado del biodiesel, frente las de Norte América.

Como se puede ver en la Figura 4 ya existía una gran diferencia entre 1995 y 2010, pero de ahí en adelante la diferencia ha aumentado una brutalidad. Con la entrada del biodiesel,

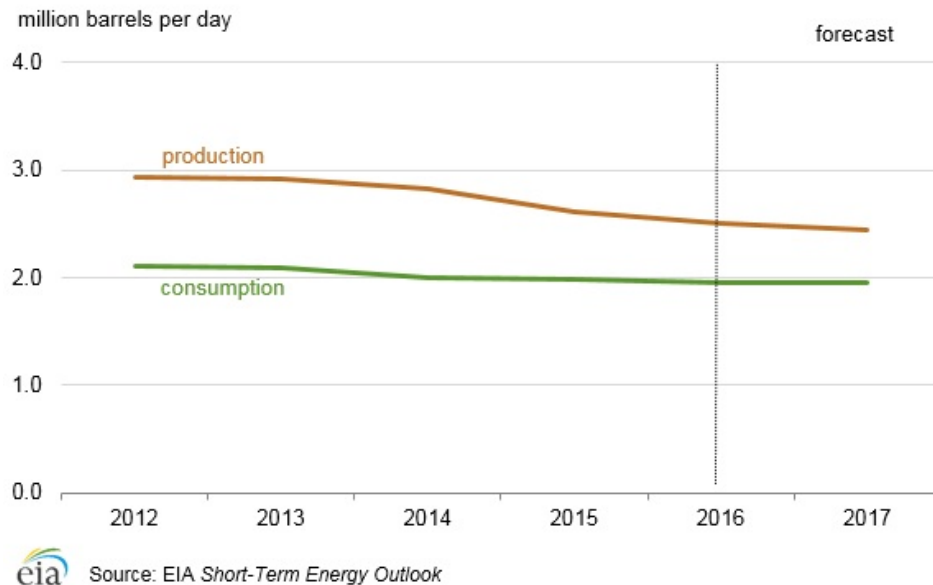


Figura 2: Producción y consumo de petróleo y otros líquidos en México. [1]

podría conseguirse disminuir esa cantidad de emisiones en una muy gran escala. Otra causa por la cual se ha decidido el biodiesel es por el reciclado de aceite usado. La zona de Santa Fe cuenta con un gran número de restaurantes, los cuales consumen una gran cantidad de litros de aceite. Una vez terminado con la vida útil del aceite, este se deshecha por el grifo o por el alcantarillado. Esto es insalubre para el medio ambiente, ya que acarrea consecuencias que son perjudiciales. Con la producción de biodiesel, ya que se necesita como materia prima aceite, bien virgen, bien usado, se crearía un método de recogida para este aceite y se reciclaría, evitando lo comentado anteriormente. Una vez situado el país donde se va a introducir y explicadas las razones por las cuales se ha decidido este biocombustible, podemos dar paso a explicar que es el biodiesel. El biodiesel es un biocombustible producido a partir de grasa animal, aceites vegetales o grasas para freír recicladas. Este combustible líquido biodegradable se compone de ésteres alquílicos de ácidos grasos, ésteres metílicos de ácidos grasos, o ésteres mono-alquílicos de cadenas largas. Las biomezclas son mezclas de biodiesel y diésel elaborado a partir de petróleo. Existen las siguientes biomezclas, B-5, B-10, B-30, B-50 y B-100, donde el número representa el porcentaje de biodiesel que existe en la cantidad de combustible.

El biodiesel es considerado un buen reemplazo del diésel elaborado a partir de petróleo para su uso en motores de encendido por compresión, ya que emite menos gases dañinos y sulfuro cuando se quema. El biodiesel también es considerado más seguro que su contraparte de origen fósil debido a que no es tóxico y es menos inflamable (tiene un punto de ignición más alto). Aunque el biodiesel contiene aproximadamente 8 % menos de energía por galón que el diésel de petróleo, no se ha reportado una diferencia significativa en el desempeño o el ahorro de combustible. [2]

Respecto a la compatibilidad con motores diesel, habría que tener en cuenta varios aspectos a resaltar, que con el tiempo se verían en este tipo de motores. Hablaremos acerca de los filtros, el encendido y los elementos de caucho de este motor.

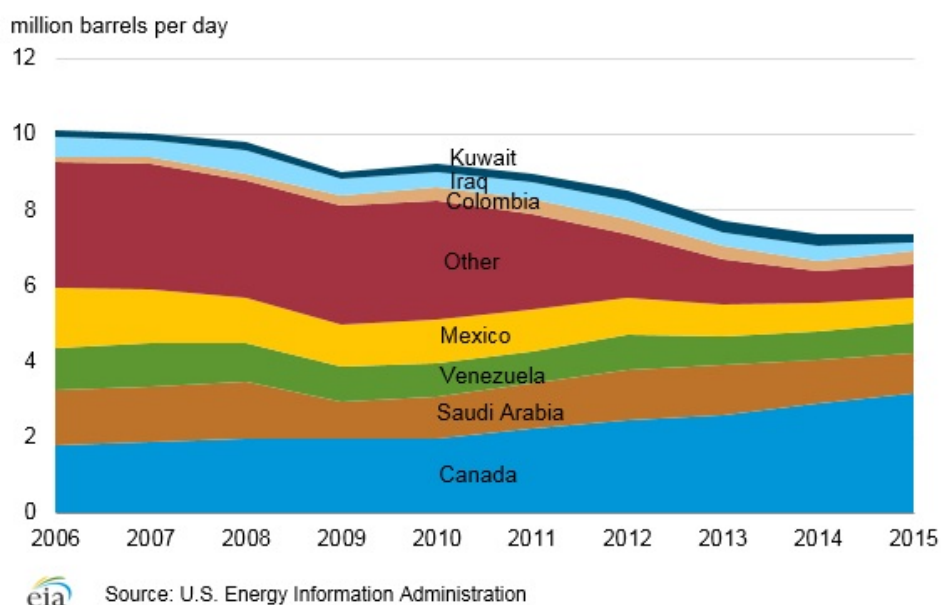


Figura 3: Importación de petróleo en U.S. [1]

## Filtros

El diesel mineral es un producto sucio. Además del humo, el mismo combustible deja manchas pegajosas por donde pasa. El biodiesel no ensucia, y mejor aún, sirve como limpiador; limpia muy bien los restos de diesel mineral del depósito y el sistema de distribución. Por lo tanto, en las primeras semanas de su uso es conveniente revisar los filtros para evitar obstrucciones.

## Encendido

Retarda el tiempo de inyección 2 o 3 grados para compensar que el biodiesel tiene mayor número de cetanos. El motor pierde un poco de la potencia extra del biodiesel, pero es más silencioso y se calienta menos, reduciendo las emisiones de óxidos de nitrógeno.

## Caucho

Con el tiempo el biodiesel puede corroer las piezas de caucho del sistema de combustible, especialmente el biodiesel puro (B-100). Los automóviles más modernos son de materiales resistentes, y algunos motores antiguos también funcionan con biodiesel sin problemas. El mejor material para contrarrestar este problema sería el vitón. [3]

Una vez analizados varios puntos importantes de los motores y para finalizar con la introducción se realizará un estudio y resumen bibliográfico acerca de artículos referentes al desempeño mecánico de los motores de ignición por compresión usando este biocombustible. Se ha recopilado información de pruebas tanto estacionarias (en banco de ensayos de motor) como en ruta o en banco de chasis dinamométrico.

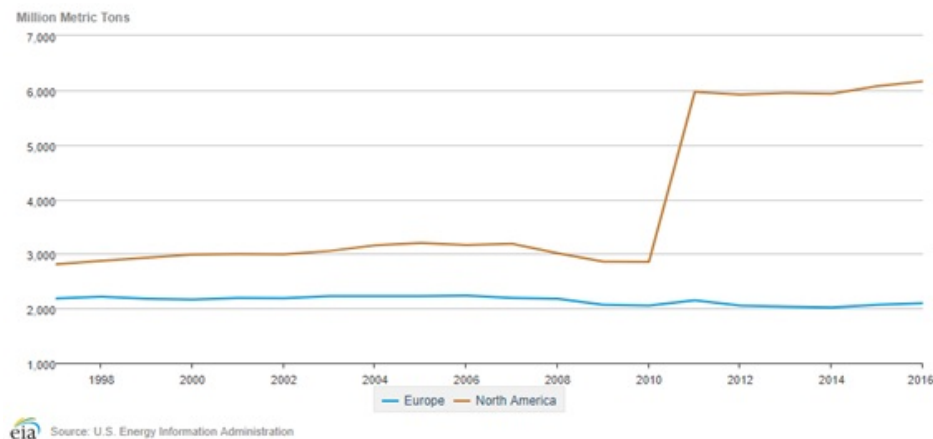


Figura 4: Emisiones de CO<sub>2</sub>: Europa vs Norte América. [1]

Gafar et al [4] presentan la evaluación del desempeño de diferentes mezclas, diesel-biodiesel, en un motor diesel estacionario. Los combustibles evaluados fueron biodiesel puro (B100), 70-30 (70 % diesel y 30 % biodiesel B30) y el diesel de Indonesia. Los parámetros evaluados en el motor en esta investigación fueron el torque, la potencia y el consumo específico de combustible. El torque decrece a medida que aumenta la cantidad de biodiesel en la mezcla, la potencia del motor decrece un 8 % cuando se quema B100 y decrece 2 % con B30, el consumo aumenta a medida que aumenta la cantidad de biodiesel en la mezcla (aumenta 24 % con B100 y 11 % con B30). Resultados muy similares a éstos fueron publicados por Tickell [5], quien demostró que el uso del biodiesel en los motores diesel genera en promedio una disminución de un 5 % en el torque y en la potencia, y afirmó que el desempeño de los vehículos que usan biocombustibles no se ve afectado notablemente.

En una revisión bibliográfica presentada en 1994 por Shumacher et al [6] en la Universidad de Missouri, quienes recopilaban resultados de 18 investigaciones publicadas en artículos científicos acerca de las emisiones y el desempeño de varios motores diesel utilizando como combustible ésteres de diferentes tipos de aceite, manifiestan que la potencia de los motores disminuye al utilizar biodiesel, debido a la menor energía que contiene el biodiesel por unidad de volumen comparada con la del diesel, razón por la cual también se obtiene un mayor consumo de combustible. Masjuki et al [7] defiende que al utilizar mezclas diesel-biodiesel de aceite de palma en un motor diesel multicilíndrico de inyección indirecta, encontraron que la potencia era menor con el biodiesel que con el diesel. Los resultados de potencia obtenidos fueron 9,2; 8,7; 7,9; 7,75 y 7,25 kW para B0, B25, B50, B75 y B100 respectivamente. Al igual que los anteriores investigadores, concluyen que las mezclas de combustible presentan un desempeño en el motor muy similar al del diesel convencional.

Algunos investigadores encontraron que la potencia en lugar de disminuir sufría un ligero aumento, tal es el caso de Sapuan et al [8], Masjuki et al [9] y Agudelo et al [10]. En cuanto al consumo específico de combustible, los mismos autores coinciden en que se incrementa en un 10 % el del biodiesel debido a que su poder calorífico es menor comparado con el del diesel, 10 % en volumen aproximadamente. En otras investigaciones realizadas por Choy et al [11] y Swain & Shaeed [12], además de coincidir con lo anterior, afirman que la combustión es mucho más completa, debido a la presencia de oxígeno «extra» que aporta la molécula

---

de biodiesel. En términos generales se observa un tiempo de retraso menor con el biodiesel comparado con el diesel.

Los resultados de los ensayos realizados en ruta son también muy prometedores, tal es el caso de Schafer & Ansgar [13] quienes presentan un informe en el que compara el desempeño del metiléster de aceite de palma y del metiléster de aceite de canola con el diesel convencional, en un vehículo. La evaluación en ruta mostró una caída de potencia y un mayor consumo de combustible comparado con el diesel. De igual manera, Staat et al [14] reporta una disminución de potencia del 6 al 7 % cuando se utiliza B100. En sus investigaciones en una flota de buses y camiones anotaron que los conductores de buses no notaron esta diferencia, mientras que los conductores de camión sí experimentaron el cambio, conduciendo cuesta arriba. Resultados contrarios, en cuanto a potencia, obtuvieron Agudelo en el artículo comentado anteriormente, quienes observaron un aumento en la potencia, en torno a un 10 %, de un vehículo en ruta utilizando como combustible la mezcla B30.

Tinaut et al [15] evaluó el desempeño de dos vehículos en ruta utilizando 6 mezclas biodiesel de aceite de girasol-diesel en las proporciones 0 % de biodiesel (combustible de referencia), 5 %, 10 %, 20 %, 50 % y 100 % de biodiesel, donde el poder calorífico de la mezcla B100 es 7 % menor que el diesel, pero para las mezclas inferiores a B20 el poder calorífico se mantiene dentro de los límites del diesel comercial. Encontraron que la potencia del vehículo no se ve afectada después de los 20.000 Km de evaluación y que el consumo de combustible no presenta ninguna tendencia durante dicho período; por esto, los investigadores concluyen que es factible y positivo el uso del metiléster de girasol como combustible en los motores diesel, en especial en proporciones del 20 % o inferiores.



# Índice general

<b>1. Estudio de empresas relacionadas con el biodiesel en México</b>	<b>11</b>
1.1. Reoil . . . . .	11
1.2. Moreco . . . . .	12
1.3. Biofuels de México . . . . .	13
<b>2. Metodología</b>	<b>15</b>
2.1. Producción de las muestras . . . . .	15
2.1.1. Transesterificación básica . . . . .	15
2.1.2. Separación de las fases . . . . .	16
2.1.3. Lavado de biodiesel . . . . .	16
2.1.4. Secado de biodiesel . . . . .	17
2.2. Análisis de las muestras . . . . .	17
2.2.1. Densidad . . . . .	17
2.2.2. Viscosidad . . . . .	18
2.2.3. Cromatografía . . . . .	19
2.2.4. Espectrometría infrarroja . . . . .	20
2.3. Simulación CFD . . . . .	21
<b>3. Normativa</b>	<b>23</b>
<b>4. Producción de muestras de biodiesel</b>	<b>25</b>
4.1. Cálculos teóricos previos a la producción y análisis . . . . .	25
4.1.1. Cantidades para la producción . . . . .	25
4.1.2. Análisis . . . . .	27
4.2. Producción . . . . .	28
4.2.1. Muestras de aceite virgen de cáñola . . . . .	28
4.2.2. Muestras de aceite reciclado . . . . .	31
<b>5. Resultados y conclusiones</b>	<b>33</b>
5.1. Densidad . . . . .	33
5.2. Viscosidad . . . . .	33
5.3. Cromatografía . . . . .	34
5.4. Espectrometría infrarroja . . . . .	38
5.5. Simulación CFD . . . . .	41
5.5.1. Depósito completo . . . . .	41
5.5.2. Entrada del depósito . . . . .	41
5.5.3. Entrada de manguera . . . . .	42

<b>6. Futuros trabajos</b>	<b>43</b>
----------------------------	-----------

# Capítulo 1

## Estudio de empresas relacionadas con el biodiesel en México

### 1.1. Reoil

#### Institucionalmente

- ¿Quiénes son?

REOIL es una organización creada en 2008, por emprendedores mexicanos, para la gestión integral y correcto reciclado del residuo sólido de manejo especial conocido como aceite vegetal usado. Tiene una amplia experiencia de especialización en el reciclado de grasas y aceites vegetales usados y una vinculación activa con los principales productores de biodiesel en todo el mundo.

- ¿A qué se dedican?

En REOIL se dedican exclusivamente al manejo integral del residuo de aceite vegetal usado, con el cual producen Pre TPO, mismo que entregan a plantas certificadas para la fabricación de biodiesel.

#### Residuo Aceite Usado de Cocina (RAUC)

- ¿Qué hacen con el RAUC?

**Pre TPO:** Sus vehículos especializados de recolección transportan el RAUC, aceite vegetal usado, hasta la planta desde el punto de generación. Una vez allí, el aceite usado de cocina se clasifica y analiza. Después se limpia de impurezas y se reformula para alcanzar los niveles adecuados de humedad, acidez, material insaponificable, nivel de yodo y de azufre, para convertirse en Pre TPO o Pre Aceite Técnico de Planta.

**Garantía:** Lo anterior les permite garantizar que el RAUC, aceite vegetal usado, que REOIL recolecta no va a contaminar en forma alguna a las personas, los animales, al drenaje, agua, aire o suelo de México, y que será aprovechado en la forma más amigable con el medio ambiente, al convertirse en un combustible que no aporta nuevos gases de efecto invernadero a la atmósfera.

**Recolección de aceite:** Las diversas leyes y reglamentos de México y sus estados, señalan que las empresas recicladoras de residuos de manejo especial, como el aceite

vegetal usado, deben tener permisos otorgados por la autoridad competente para la gestión integral del residuo. REOIL cumple siempre con todas las disposiciones legales para el manejo adecuado del RAUC, aceite vegetal usado. Esto les permite dar certeza jurídica a sus clientes sobre la responsabilidad que ellos, como generadores del RAUC tienen sobre este residuo.

**Grandes Generadores:** Abarca el reciclado del residuo que proviene de la industria de alimentos preparados, banquetes, comedores industriales, hoteles, cadenas de restaurantes y en general a toda actividad comercial o productiva que genere RAUC, aceite vegetal usado, en sus procesos.

**Pequeños Generadores:** REOIL también contempla a los pequeños generadores, pues hay necesidad de atajar la generación del residuo aceite vegetal usado en los hogares, que representan un poco menos del 50 % del consumo total de aceite vegetal en México, para que no vaya a parar a los sistemas de drenaje de las ciudades. [16]

## 1.2. Moreco

### Institucionalmente

- ¿Quiénes son?

Biodiesel Moreco es una empresa dedicada a la recolección de aceites vegetales y grasas animales de desecho para su posterior conversión a biodiesel, asegurándose de que no se desechen de una manera inapropiada y con el fin de darle un uso útil y ecológico, contribuyendo así a la mejora de nuestro medio ambiente.

- ¿Qué objetivos tienen?

Tiene como objetivo el reciclar y transformar en biodiesel la mayor parte de los aceites vegetales de residuo generados en el estado de Michoacán. También gracias a la participación de la gente, han podido establecer rutas de recolección en los estados del Bajío estableciendo un claro compromiso para mejorar el medio ambiente.

### Biodiesel

- ¿Cómo producen el biodiesel?

Una vez que el aceite ingresa a la planta se determina si se puede obtener biodiesel de buena calidad a partir de él, para lograr este objetivo, el proceso que realizan consta de varios pasos:

1. El proceso comienza reacondicionando el aceite ya que el aceite vegetal usado es un residuo y como tal contiene impurezas líquidas y sólidas que alteran el aceite y que deben ser eliminadas antes de que pueda pasar a proceso. En este paso también se reduce su acidez como consecuencia de estar más degradado debido a su uso en la freidora.
2. Después y en condiciones totalmente anhidras se lo somete a una reacción de transesterificación bajo determinadas condiciones de presión y temperatura, proceso mediante el cual se sustituyen las moléculas pesadas de glicerina por las de

algo más ligero como el alcohol, lo cual les permite reducir su viscosidad en un producto final denominado biodiesel.

3. Por último, el biodiesel es pulido, filtrado y, además, se le verifican controles de calidad antes de que pueda ser despachado y surtido asegurando un biocombustible de alta calidad y prestaciones.
4. La solución que han creado presenta mejoras en el área de producción, controles de calidad, empleo de químicos y procesos seguros, así como una reutilización adecuada de los subproductos. Incluso nuestro aceite es calentado con energía solar. [17]

### 1.3. Biofuels de México

#### Institucionalmente

- ¿Quiénes son?

En Biofuels de México se dedican de manera formal a la recolección y reciclaje de aceite vegetal usado para la producción de Biodiesel. Iniciaron sus operaciones en septiembre de 2005 en la Ciudad de México y a día de hoy tienen cobertura en Puebla, Cholula, Cuernavaca, Distrito Federal, Zona Metropolitana, Toluca, Metepec, Guadalajara, Tlaquepaque, Zapopan, Tonalá, Veracruz, Córdoba, Xalapa, Boca del Río, Querétaro, Cancún, Playa del Carmen, Chetumal.

- ¿Qué objetivos tienen?

Su misión es integrar a 1.000 restaurantes dentro de su red de recolección. Con el propósito de difundir la costumbre del reciclaje, el uso de energías renovables y la reducción de gases de efecto invernadero (las cuáles son áreas que cubren cotidianamente en conjunto con los restaurantes que participan con ellos).

#### Residuo Aceite Usado de Cocina (RAUC)

- ¿Qué hacen con el RAUC?

Están haciendo pruebas con diferentes tecnologías sobre los RAUC para reducir el consumo de energía fósil y regresarán al sector agrícola para biocombustibles más adelante. [18]



# Capítulo 2

## Metodología

En este apartado se explicarán todos los procedimientos que se van a realizar en este proyecto. Se explicará tanto el proceso para la producción de las muestras de biodiesel como para el análisis y estudio de las propias.

### 2.1. Producción de las muestras

Para preparar las muestras de biodiesel se va a usar como materia prima aceite de canola virgen, aceite con pocos usos, potasa ( $KOH$ ) y metanol ( $CH_3OH$ ). Para elegir el proceso que se va a seguir durante la producción, se ha supuesto que el porcentaje de ácidos grasos libres (% FFA) del aceite seleccionado es menor del 5%. Por lo tanto, se realizará una transesterificación básica en primer lugar al aceite, después vendrán los lavados del resultado obtenido y por último el secado para obtener nuestra muestra definitiva de biodiesel.

#### 2.1.1. Transesterificación básica

La transesterificación consiste en la reacción de un triéster de glicerilo (triglicérido) con un alcohol para formar alquil ésteres y glicerol. En este proceso existe una serie de reacciones reversibles, en las cuales el triglicérido se convierte escalonadamente primero en el diglicérido, luego en el monoglicérido, para finalmente terminar en glicerina. Un mol de éster es liberado en cada paso. Todas las reacciones son reversibles, pero el equilibrio está desplazado hacia la producción de ésteres y glicerina por un exceso de alcohol.

Los alcoholes usados principalmente en las reacciones de transesterificación son metanol, etanol, propanol o butanol. Como se ha comentado anteriormente, para este proyecto se ha usado metanol, debido a su bajo coste y sus ventajas tanto físicas como químicas. El metanol es un alcohol de cadena corta que puede reaccionar de una manera rápida con los triglicéridos. También puede disolver nuestro catalizador con relativa facilidad.

En la producción de biodiesel, se va usar un catalizador para disminuir el tiempo de reacción. El catalizador se selecciona considerando el contenido de ácidos grasos libres en la materia prima y la ruta de producción que se va a seguir. Para la transesterificación básica con las características de nuestro aceite hemos elegido la potasa ( $KOH$ ), ya que corresponde a un catalizador básico.

A continuación se mostrarán los pasos que se seguirán para realizar el primer procedimiento de la producción de muestras de biodiesel. [19]

- Mezclar los gramos correspondientes de  $KOH$  en los litros correspondientes de metanol.
- Calentar la solución hasta los  $55^{\circ}C$  aproximadamente y agitar considerablemente hasta conseguir que se disuelva la potasa en el alcohol.
- Adicionar el aceite de girasol a la solución metanólica del catalizador. Iniciar la agitación y seguir calentando la mezcla para mantener la temperatura de  $55^{\circ}C$  durante toda la reacción
- Dejar reaccionar durante 60-90 min.

### 2.1.2. Separación de las fases

Al terminar la fase anterior, se separará nuestro producto en dos fases. Si no se consigue la separación y distinción de estas en 30 minutos aproximadamente, se aconseja esperar varios días. La primera fase consiste en una fase acuosa en la cual se encuentra principalmente la glicerina formada, la mayor parte del alcohol que no reaccionó y parte de lo que queda del catalizador. La segunda es una fase orgánica que consiste principalmente de los metil ésteres (biodiesel), las trazas del aceite no reaccionado, así como mono- y diglicéridos.

La forma de separar ambas fases se basa en una diferencia de densidades. El biodiesel tiene una densidad aproximada de 0.88 g/mol, mientras que la fase que contiene glicerina es más densa. Por lo anterior, la separación de fases se puede lograr usando un embudo de separación. La fase acuosa queda en el fondo del embudo de separación, dejando la fase orgánica (biodiesel) en la parte superior. [19]

A continuación se mostrarán los pasos que se seguirán para realizar el segundo procedimiento de la producción de muestras de biodiesel.

- Introducir el producto obtenido de la transesterificación básica en un embudo de separación.
- Esperar el tiempo necesario hasta que podamos diferenciar dos fases distintas en nuestro producto.
- Abrir el embudo y dejar caer la fase que se encuentre en el fondo del embudo.

### 2.1.3. Lavado de biodiesel

En el biodiesel separado todavía existe una gran cantidad de impurezas que son solubles en agua. Estas impurezas son en su mayoría trazas de jabón que se pudo haber formado durante la transesterificación, alcohol que haya quedado sin reaccionar, parte del catalizador restante y posiblemente un poco de glicerina libre. [19]

A continuación se mostrarán los pasos que se seguirán para realizar el tercer procedimiento de la producción de muestras de biodiesel.

- Introducir agua en partes iguales en el embudo que contiene biodiesel del anterior procedimiento.
- Agitar el embudo muy levemente para evitar una emulsificación.



- Dejar reposar un tiempo para que se dé nuevamente la separación de fases.
- Abrir el embudo y retirar la fase acuosa (inferior), arrastrando las impurezas que tenía el biodiesel.
- Medir el PH de la fase extraída del embudo.
- Repetir los 5 pasos anteriores hasta conseguir un PH neutro (PH=7).

### 2.1.4. Secado de biodiesel

Después de lavar el biodiesel, éste por lo general tiene un aspecto turbio, debido a la presencia de agua que forma pequeñas gotas en emulsión con biodiesel. El biodiesel puede llegar a contener hasta 1500 ppm de agua en emulsión según las especificaciones internacionales, presentando en estas condiciones una apariencia clara. Para este secado, se usará un material que adsorba el agua del biodiesel, teniendo en cuenta su tamaño de poro para realizar la correcta eliminación del agua. [19]

A continuación se mostrarán los pasos que se seguirán para realizar el último procedimiento de la producción de muestras de biodiesel.

- Calentar malla molecular de 4A en un horno para la eliminación completa de la humedad que pueda tener.
- Trasvasar esa malla molecular a un tarro con un ambiente controlado y sin humedad.
- Introducir malla molecular en cantidad abundante a las muestra de biodiesel.
- Dejar el máximo de días que sea posible la malla molecular dentro de la muestra.

## 2.2. Análisis de las muestras

Los análisis que se realizan a las muestras de biodesel se harán con la intención de corroborar que cumplen con la normativa vigente (explicada en el siguiente capítulo) y que está dentro de los estándares de calidad. Se harán mediciones que determinen la densidad y viscosidad, una cromatografía para evaluar la concentración de ácidos grasos que contiene nuestro biodiesel, una espectrometría infrarroja y una simulación en CFD.

### 2.2.1. Densidad

Para las mediciones de densidad de nuestras muestras, se ha empleado un densímetro digital portátil. Este tipo de instrumento consta de un tubo de vidrio hueco, como el de la Figura, que vibra a una determinada frecuencia, dicha frecuencia cambia cuando el tubo se llena con la muestra. Mientras mayor sea la masa de la muestra, menor será la frecuencia. Dicha frecuencia pasa a ser densidad.

Este tipo de densímetro, tiene una utilización bastante sencilla. Lo único que hay que realizar es, antes de empezar a tomar medidas, programar el instrumento digital para que nos mida temperatura y densidad. Las unidades son  $^{\circ}\text{C}$  y  $\text{g}/\text{cm}^3$ . [20]

A continuación se mostrarán los pasos que se seguirán para realizar la medición de la densidad de las muestras de biodiesel.

- Programar el densímetro para que mida lo deseado.
- Limpiar y enroscar la varilla por la cual asciende la muestra al densímetro.
- Apretar el pulsador.
- Introducir la varilla en la muestra.
- Con la varilla aún sumergida dejar de ejercer presión en el pulsador y observar los resultados en pantalla.
- En cada cambio de muestra, limpiar el densímetro con etanol y cerciorarse que el tubo interno del densímetro este completamente vacío.

### 2.2.2. Viscosidad

Para la medida de la viscosidad de nuestras muestras, se ha empleado un viscosímetro de Ostwald. Este tipo de viscosímetro esta fundamentado en la Ley de Poiseuille. En este tipo de viscosímetro, la fuerza impulsora es la gravedad. Esta compuesto por dos capilares, uno mayor y uno menor. El capilar mayor es el que se rellena antes de comenzar a tomar medidas de tiempo. El capilar menor es por el cuál viaja el fluido mientras se mide el tiempo. Las dos marcas (A y B) que vemos entre las cuales se encuentra el capilar menor es donde cronometraremos. En la Figura 2.1 se pueden observar los componentes de esta herramienta de medición.

Para realizar esta medición se ponen en comparación dos fluidos de los cuales tenemos conocimiento de sus densidades. Para esta medición mantendremos los dos fluidos a la misma temperatura para realizar el proceso y las mediciones de densidades anteriores también se habrán realizado a dicha temperatura. En nuestro caso se mantendrá a 20°C. El fluido 1 pertenecerá a agua y el fluido 2 a cada una de las muestras de biodiesel. La Ecuación 2.1 será la que usaremos para obtener la viscosidad de nuestras muestras una vez medido el tiempo en el viscosímetro de Ostwald.

$$\eta_2 = \eta_1 \cdot \frac{\rho_2 \cdot t_2}{\rho_1 \cdot t_1} \quad (2.1)$$

A continuación se mostrarán los pasos que se seguirán para realizar la medición de la viscosidad de las muestras de biodiesel.

- Introducir el fluido en el capilar mayor.
- Mediante una jeringuilla absorber por el tubo de menor diámetro el fluido hasta llegar a la marca A.
- Dejar caer el fluido y empezar a conometrar.
- Cuando el fluido llegué a la marca B parar el cronómetro.
- Realizar estos cuatro pasos para agua y cada muestra.
- En cada cambio de fluido, limpiar el viscosímetro con etanol y secarlo.
- Introducir los datos en la Ecuación 2.1 y calcular la viscosidad de cada muestra.

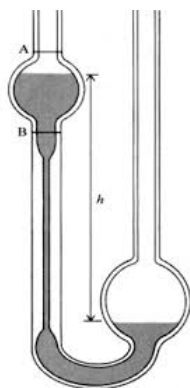


Figura 2.1: Esquema de un viscosímetro de Ostwald. [21]

### 2.2.3. Cromatografía

La cromatografía de gases permite el análisis de mezclas complejas de compuestos mediante el fraccionamiento. La técnica se basa en la afinidad que tiene cada componente individual perteneciente a la mezcla con la fase móvil o estacionaria, lo que permite una separación en diferentes tiempos a lo largo de la determinación.

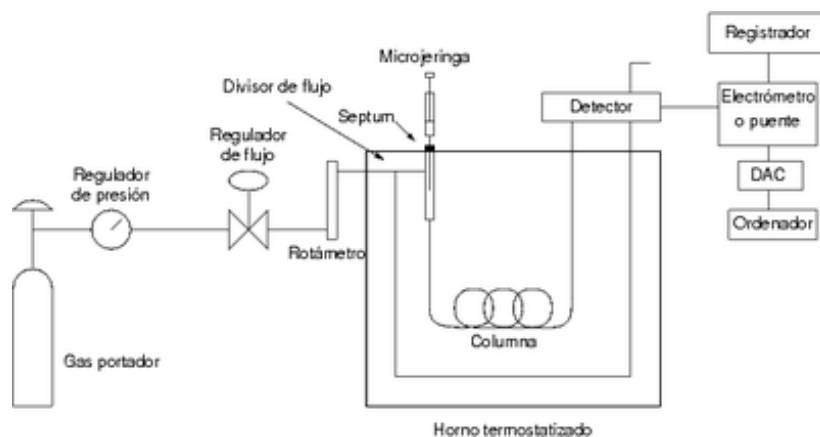


Figura 2.2: Esquema de un cromatógrafo. [22]

Para explicar la Figura 2.2, primero, se introduce el analito a través de un inyector, el cual lo vaporiza. Los compuestos vaporizados, son transportados por medio de un gas portador a la columna donde se separan los diferentes compuestos de la muestra. El principio de separación se basa en la velocidad a la cual los diferentes compuestos viajan a través de la columna dependiendo del nivel de interacción que experimentan con la fase estacionaria. Cuanta más alta sea la interacción, más tardará el compuesto en pasar por la columna. Por último, cuando sale el compuesto de la columna, se conduce a un detector, el cual emite una respuesta eléctrica para identificar y cuantificar. [23]

Para este proceso se usan diferentes tipos de detectores, como el detector de ionización de llama, el de conductividad térmica o el de espectrometría de masas y distintos gases portadores. En nuestra cromatografía se ha empleado un detector de ionización por llama y

nitrogeno como gas portador. Por otro lado, el proceso que realiza el cromatógrafo al completo durará 40 minutos aproximadamente.

Se realizarán dos tipos distintos de cromatografía. Un tipo para el biodiesel y otra para los aceites empleados para la producción de estos. Las muestras de biodiesel se inyectarán directamente en el cromatógrafo, pero a los aceites se les realizará una reacción antes de ser inyectados. Para realizar la reacción, añadiremos en una probeta 100mg de aceite, 1mL de hexano y 50mL de metilato de sodio. Agitaremos manualmente la probeta para que se de la reacción. Con esto se pretende metilar los ácidos grasos del aceite, para que de esta manera sean visibles en el análisis. Por último, antes de inyectar la muestra, centrifugaremos la reacción durante diez minutos aproximadamente, para separar el glicerol de la muestra a analizar. La muestra que estudiaremos se extraerá de la fase superior de la probeta.

#### 2.2.4. Espectrometría infrarroja

La espectrometría infrarroja se basa en el fundamento de que existen diferentes modos de vibración en las moléculas, ya que cada tipo lleva asociada un movimiento característico de los átomos. Esta técnica usa la radiación del espectro electromagnético cuya longitud de onda ( $\lambda$ ) está comprendida entre los 80 y los 400000 nm. Esta longitud causa efecto sobre la materia orgánica y produce deformaciones de los enlaces de la sustancia. En la siguiente Figura 2.3, se pueden observar las distintas actitudes y movimientos que pueden darse en los enlaces. [24]

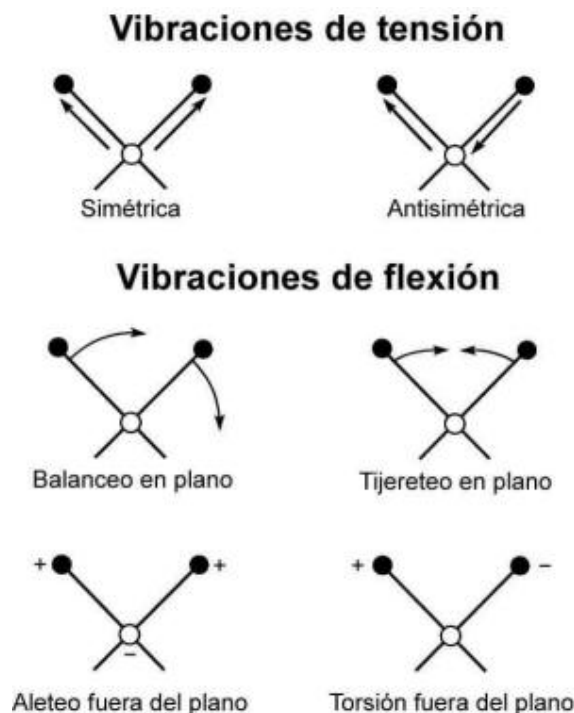


Figura 2.3: Comportamientos de los enlaces. [25]

Lo que se obtiene con estos análisis es una gráfica en la cuál se representan los grupos funcionales de las muestras, es decir, enlaces que son comunes en muchas composiciones o también llamados patrones. La metodología para realizar la espectrometría es muy sencilla.

Lo único que hay que hacer antes de posicionar la muestra es cerciorarse que la zona donde debe colocarse la muestra (una gota de la muestra) esté limpia y ver en el ordenador que el espectómetro está detectando el ruido del ambiente. Una vez realizadas esas comprobaciones, se coloca la muestra y se tapa con algún objeto para que se quede a oscuras y el espectómetro haga su trabajo.

## 2.3. Simulación CFD

Antes de explicar la metodología que se va a llevar a cabo para realizar esta simulación, pongamos en contexto de que trata la simulación CFD, para que el lector lo entienda. Lo que realizo en la computadora no es suficiente para entender lo que realmente hay dentro de la simulación. Comencemos explicando el concepto de CFD.

La Dinámica de Fluidos Computacional o CFD (del inglés Computational Fluid Dynamics) es la rama de la ingeniería que trata sobre la simulación numérica de flujos fluidos, transferencia de calor y fenómenos relacionados tales como reacciones químicas, combustión, aeroacústica etc. Las ecuaciones que rigen el flujo fluido tienen origen en la mecánica de los fluidos y pueden ser resueltas por medio de diferentes métodos numéricos.

La principal ecuación resuelta vía Fluidodinámica Computacional es la ecuación de transporte de la variable de interés, representada por el símbolo  $\phi$  en la Ecuación 2.2.

$$\frac{\partial}{\partial t} \int_V \rho \phi dV + \oint_A \rho \phi \mathbf{V} \cdot d\mathbf{A} = \oint_A \Gamma_\phi \nabla \phi \cdot d\mathbf{A} + \int_V S_\phi dV \quad (2.2)$$

Todas las ecuaciones de conservación resueltas en Dinámica de Fluidos Computacional poseen la forma anterior, con cuatro términos: el término de tiempo, el término advectivo, el término difusivo y el término fuente. Para representar diferentes ecuaciones de conservación se alteran sólo tres componentes de la ecuación: la variable  $\phi$ , el coeficiente de difusión  $\Gamma$ , y la fuente  $S$ .

Por ejemplo, para la ecuación de conservación de masa (o continuidad), la variable  $\phi$  es igual a 1, el coeficiente de difusión y la fuente son nulos. A pesar de la fórmula ser ampliamente utilizada para aplicaciones CFD, se puede afirmar que hasta el momento no existe solución analítica de la Ecuación 2.2. De esa forma, es necesario resolverla por medio de algún método de discretización.

Existen distintos tipos de discretización, el usado en nuestra simulación será el método de volúmenes finitos. En este método se intercambia el dominio continuo por un dominio discreto, donde un conjunto de volúmenes de control es utilizado para representar el dominio original. Por lo tanto, para cada elemento de volumen finito se resuelve la ecuación algebraica teniendo en cuenta los otros volúmenes que lo rodean y la repercusión que tienen en el analizado. En la Figura 2.4 podemos observar el esquema de lo que correspondería a un volumen finito.

Lo que realizaremos nosotros en la computadora, sera en primer lugar resolver el tema del mallado. Para ello usaremos el programa informático Hypermesh. Se buscara una malla con la cantidad adecuada de volúmenes de control para exportarla al programa de simulación CFD. Para ello tendremos que hacer distintos mallados primero en 2D y posteriormente en 3D. Decidiremos cual es la malla adecuado cuando el resultado entre dos refinamientos de malla no sufra una gran alteración, lo que significará que la convergencia de malla fue alcanzada.

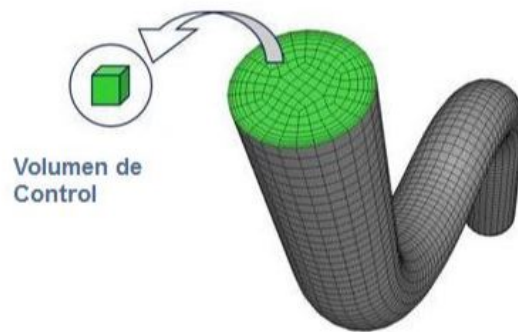


Figura 2.4: Volumen finito. [26]

Una vez resuelta la malla, se exportará el diseño ya mallado al programa informático Starccm v1306. En este programa se le realizará una simulación con las ecuaciones que ofrece este programa en el modelo de gravedad. Con este programa se obtendrán animaciones de como se comporta el fluido en la entrada de un depósito de un automóvil comercial. Se realizará una simulación en la que se vea el depósito entero, otra del perfil de la entrada del depósito y otra última de la entrada del biocombustible en la boquilla por donde se conecta la manguera. Con esta simulación se comprobará si nuestro biodiesel realiza el efecto rebote, es decir, que si debido a la turbulencia que se crea con las paredes del depósito, en vez de llenarse el depósito no se llena al completo y el biodiesel regresa hacia la manguera, o incluso muchas veces, se sale del automóvil durante el llenado y salpica al usuario.

# Capítulo 3

## Normativa

A modo de comparación y de cumplimiento de normativas, haremos un estudio de las normativas existentes en México para el biodiesel. Al no existir apenas este mercado, como se ha podido comprobar en el apartado de Empresas relacionadas con el biodiesel en México, no encontramos ninguna Normativa Oficial Mexicana (NOM) que se refiera al biodiesel y las características que debe seguir el producto final.

La única referencia de calidad para el biodiesel que obtenemos por parte del Gobierno de México, es un artículo publicado en la página web del SEGOB, en la cuál se hablan de características que debería cumplir un biodiesel, pero como he dicho, pertenece a un artículo y no a ninguna normativa, por lo tanto no se puede hablar de ámbitos legales. Lo que si dice el Gobierno de México, es que a la falta de Normas Oficiales Mexicanas o Lineamientos Nacionales o Internacionales, y, en ausencia de éstas, las normas internacionales o, en lo no prevista por éstas las Normas Extranjeras, incluidos Códigos y Estándares relevantes aplicables en la industria para la medición, transporte y almacenamiento de hidrocarburos y bioenergéticos deben ser cumplidas.

La normativa que se encarga de determinar los parámetros que debe seguir un biodiesel en México, sería la ASTM D6751, la cual recoge diversos resultados de análisis y establece parametros de cumplimiento. Tras revisar la tabla que recoge esos datos y teniendo en cuenta las posibilidades y recursos que tenemos en nuestro laboratorio, en la tabla 3.1 recogemos los análisis relacionados con la ASTM D6751 que podremos realizar y los parámetros que esta regula y en los cuales tendrán que estar nuestros productos finales.

Densidad relativa a 16°C	0.87-0.89
Viscosidad cinemática a 40°C	1.9-6.0
Número de cetanos	47, min

Cuadro 3.1: Parametros de nuestro biodiesel.

Para futuros análisis y que se pueda observar de donde se han obtenido los parámetros anteriores, dejaremos la tabla de la ASTM D6751 en la Figura 3.1.

ASTM D6751 and REG-9000® Biodiesel Quality Standards and Test Methods				
Property	ASTM D6751 Limit	REG-9000® Limit	Units	Test Method (current revision)
Cloud point:	Report	Report	°C ( <i>°F</i> )	D5773
Free Glycerin:	0.020, max	0.014	% mass	D6584
Total Glycerin:	0.240, max	0.16	% mass	D6584
Monoglycerides <sup>1</sup> :	N/A	0.40, max	% mass	D6584
Diglycerides <sup>1</sup> :	N/A	0.20, max	% mass	D6584
Triglycerides <sup>1</sup> :	N/A	0.20, max	% mass	D6584
Water & Sediment:	0.050, max	0.01	% volume	D2709
Acid Number:	0.50, max	0.40	mg KOH/g	D664
Visual Inspection <sup>1</sup> :	N/A	1	Haze rating	D4176, Procedure 2
Relative Density at 60°F <sup>1</sup> :	N/A	0.87 – 0.89	N/A	D4052
Oxidation Stability (110 °C):	3, min	6.0	hrs	EN 15751
Flash point (closed cup):	93, min	93	°C	D93
Alcohol Control	Option 1: Methanol	0.2, max	% mass	EN 14110
	Option 2: Flashpoint	130, min	°C	D93
Moisture <sup>1</sup> :	N/A	0.040, max	% mass	D6304
Cold Soak Filtration:	360	200	seconds	D7501
Cold Soak Filter Blocking Tendency <sup>1</sup> :	N/A	Report	N/A	CAN/CGSB-3.0 No. 142.0
Sulfur:	15	15	ppm (mg/kg)	D7039
Sodium & Potassium Combined:	5, max	1.5	ppm (mg/kg)	EN 14538
Calcium & Magnesium Combined:	5, max	1.5	ppm (mg/kg)	EN 14538
Total Contamination <sup>1</sup> :	N/A	15, max	mg/L	D7321
Ester Content <sup>1</sup> :	N/A	97, min	% mass	EN 14103
Phosphorus:	0.001, max	0.001	% mass	D4951
Carbon Residue:	0.050, max	0.050	% mass	D4530
Sulfated Ash:	0.020, max	0.020	% mass	D874
Kinematic Viscosity at 40 °C:	1.9-6.0	3.8 – 5.0	mm <sup>2</sup> /sec.	D445
Copper Corrosion (3 hrs at 50 °C):	No. 3, max	No. 1a	N/A	D130
Distillation at 90% Recovered:	360, max	360	°C	D1160
Cetane Number:	47, min	47	N/A	D613

Figura 3.1: Tabla de parámetros de la ASTM D6751.



# Capítulo 4

## Producción de muestras de biodiesel

Se producirán cuatro muestras distintas de biodiesel. Tres de esas muestras se producirán a partir de aceite de cáñola virgen, pero sufrirán modificaciones en su composición. A modo de comparación, se realizará otra muestra a partir de aceite usado. De esta manera se pretende estudiar las diferencias que presentan el producto final dependiendo la materia prima, si la materia prima es igual, las diferencias que tienen entre ellas dependiendo la composición y si nuestras muestras cumplen con las leyes y normativas vigentes.

### 4.1. Cálculos teóricos previos a la producción y análisis

Antes de empezar con la producción en laboratorio de biodiesel, debemos hacer los cálculos referentes a las cantidades que usaremos de cada componente. Para realizar las pruebas que autoricen que se cumple la normativa, también tendremos que realizar algún cálculo previo, puesto que también se realizarán en el laboratorio.

#### 4.1.1. Cantidades para la producción

Para obtener 1L de biodiesel, debemos precisar de 1L de aceite aproximadamente. Para realizar los cálculos necesarios partiremos de esa necesidad de aceite, aunque luego para obtener las cantidades de muestra deseadas adecuaremos las cantidades con una simple regla de tres. Antes que nada, debo aclarar que todas las cantidades son meras aproximaciones, ya que no tenemos ningún dato empírico. Para la realización de los cálculos se va a usar como punto de partida aceite de cáñola virgen, ya que será una de las muestras que realizaremos y es del cual podemos obtener datos como densidad y composición, los cuales son de vital importancia para comenzar. Sin más dilación, comencemos con la explicación de los cálculos.

En primer lugar, debemos tomar como punto de partida 1g de aceite de canola, para la obtención del peso molecular de dicho aceite. Usaremos la tabla que se puede observar a continuación, la cual muestra la composición de ácidos grasos del aceite de cáñola en fracción peso.

	Láurico	Mirístico	Palmítico	Esteárico	Oleico	Linoleico	Linolénico
<b>Aceite cáñola</b>	0.00	0.00	0.05	0.02	0.61	0.11	0.22

Cuadro 4.1: Composición del aceite de girasol (fracción peso).

Para obtener el peso molecular del aceite, primero debemos tener el peso molecular de cada componente y usar la Ecuación 4.1. También hay que tener en cuenta para calcular el peso molecular, que el aceite es un triglicérido y por lo tanto, está compuesto por tres cadenas de ácidos grasos y la cadena que los une. En la Figura 4.1 se puede ver el esquema de la organización de un triglicérido y a partir de la cual se ha calculado el peso molecular.

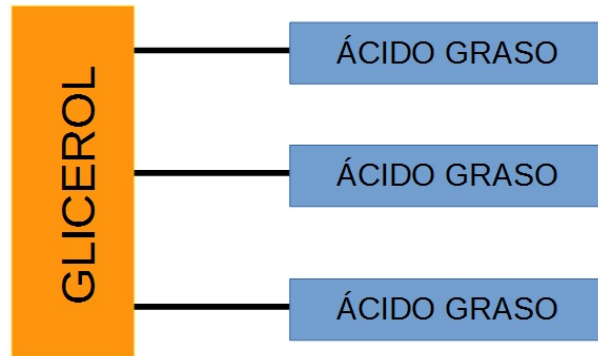


Figura 4.1: Esquema de un triglicérido. [27]

$$\frac{m(\text{aceitegirasol})}{PM(\text{aceitegirasol})} = \frac{m(\text{componente1})}{PM(\text{componente1})} + \frac{m(\text{componente2})}{PM(\text{componente2})} + \dots + \frac{m(\text{componenten})}{PM(\text{componenten})} \quad (4.1)$$

Pesos moleculares:

- Palmítico = 256,4 g/mol
- Esteárico = 284,48 g/mol
- Oleico = 282,47 g/mol
- Linoleico = 280,24 g/mol
- Linolénico = 278,43 g/mol

Teniendo en cuenta los datos vistos en el Cuadro 4.1, los pesos moleculares de cada componente, las cadenas que componen un triglicérido de aceite de cáñola y partiendo de 1g de aceite de cáñola, concluimos que el peso molecular del aceite de cáñola es de 887 g/mol aproximadamente.

Una vez obtenido el peso molecular del aceite de cáñola y sabiendo que dicho aceite tiene una densidad de 0.92 Kg/L y que el peso molecular del metanol es 32.04 g/mol y su densidad es de 0.792 Kg/L, podemos calcular la cantidad en volumen necesaria de metanol sabiendo que la relación molar es 9 a 1 del alcohol con respecto al aceite para una transesterificación básica.

En primer lugar, obtenemos que, usando su densidad, 1L de aceite de girasol es equivalente a 920g. Sabiendo su peso molecular obtenemos que 920g de aceite de girasol tienen 1.037 moles. Sabiendo la relación molar que debe llevar la producción de biodiesel concluimos que

hacen falta 6.18 moles de metanol para la transesterificación básica, lo que equivaldría a 198g de este componente y, lo que nos interesa a nosotros, **0.25L de metanol para la transesterificación básica**.

Para calcular la cantidad en gramos de KOH (potasa), sabemos que para la producción de biodiesel debemos tener el 3.35 % en peso de KOH respecto al aceite. Partiendo de que vamos a necesitar 1L de aceite de girasol lo que equivale a 920g, vamos a necesitar **33g de KOH**.

En resumidas cuentas, en el Cuadro 4.2 se resumen los componentes necesarios y las cantidades para la producción de 1L de biodiesel.

Componente	Cantidad
Aceite cánoa	1L
Metanol	0.25L
KOH	33g

Cuadro 4.2: Componentes y cantidades necesarias para la producción de biodiesel.

## 4.1.2. Análisis

### Cromatografía

Antes de comenzar a realizar la cromatografía, debemos realizar los cálculos necesarios para realizar la gráfica teórica de calibración, referente a la concentración de cada ácido graso que contiene el biodiesel. Esta gráfica nos servirá para la posterior comparación con nuestra gráfica extraída del cromatografo.

Para calcular la concentración de cada componente se hara uso de la siguiente ecuación:

$$Concentración_{componente} = \frac{\rho_{biodiesel} \cdot Fracción_{peso_{componente}}}{PM_{biodiesel}} \quad (4.2)$$

Los datos utilizados para introducir en la Ecuación 4.2 han sido los siguientes. Para la densidad teórica del biodiesel se ha usado 0.89 g/mol, para la fraccion en peso de cada componente, se han recurrido a los datos del Cuadro 4.1 y para el peso molecular teórico del biodiesel se ha usado 292.2 g/mol. Las concentraciones de cada componente obtenidas, se puedes ver resumidos en el Cuadro 4.3.

Componente	Concentración
Palmítico	0.154 mol/L
Esteárico	0.061 mol/L
Oléico	1.858 mol/L
Linoléico	0.335 mol/L
Linolénico	0.670 mol/L

Cuadro 4.3: Concentraciones teóricas de los distintos ácidos grasos para biodiesel a partir de aceite de cánoa.

Estas concentraciones serán útiles para la futura creación de una gráfica de calibración. De esta manera, con los resultados de las cromatografías se podría estimar la concentración real de los ésteres en las muestras de biodiesel.

## 4.2. Producción

Se realizaron varias pruebas en el laboratorio, realizando un sin fin de variaciones en la composición del biodiesel, de esta se manera, obtuvimos la formula de hacer biodiesel más eficiente y depurada.

En este apartado se expondrá la producción de cada muestra y los resultados que hemos ido obteniendo durante el proceso. Para cada muestra, se ha realizado una tabla con las cantidades de cada componente, una gráfica para observar las temperaturas que se han dado durante la transesterificación básica y la cantidad de lavados que se han realizado para cada muestra hasta que se ha obtenido un ph neutro.

Para todas las muestras, se usó la metodología explicada anteriormente, lo único que va a diferenciar nuestras muestras serán los tipos de componentes y las cantidades de estos. Se han realizado un total de cuatro muestras, tres de aceite virgen de cáñola con distintas cantidades de potasa y otra de aceite usado, para tenerlo como punto de comparación.

### 4.2.1. Muestras de aceite virgen de cáñola

Para la preparación las siguientes muestras usaremos aceite comestible puro de cáñola, sin haber recibido ningún uso. Para tener una referencia, la marca comercial es Capullo.

#### Muestra 1.1

Esta muestra se realizó con las cantidades de componentes y las relaciones explicadas en el apartado de metodología. Esta muestra se hizo para usarla como punto de partida en nuestras comparaciones con el resto de las muestras.

#### Composición

Componente	Cantidad
Aceite cáñola virgen	100 mL
Potasa	0.33 g
Metanol	25 mL

Cuadro 4.4: Componentes de la muestra 1.1.

#### Temperatura vs Tiempo en la transesterificación básica

Como se puede observar en la Figura 4.2, durante la reacción se mantuvo la temperatura bastante estable, ya que hemos tenido dificultades con las temperaturas ofrecidas por el agitador magnético. La temperatura aconsejada a mantener es de 55°C, hemos tenido un máximo de 55°C y un mínimo de 50°C en la reacción de la muestra 1.1.

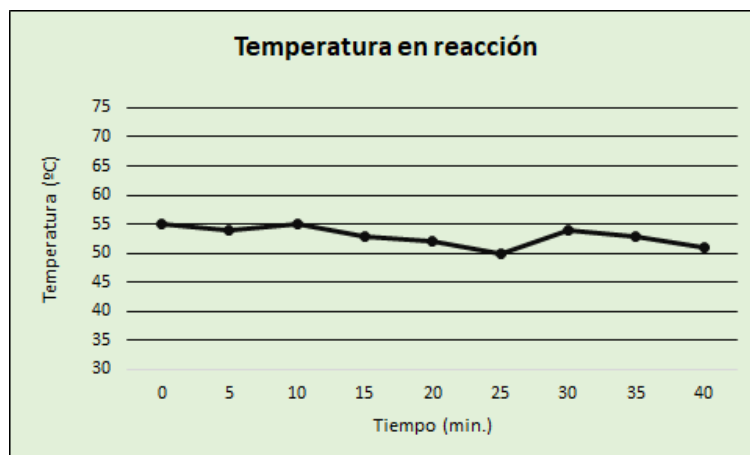


Figura 4.2: Temperaturas durante la reacción de la muestra 1.1.

### Evaluación del ph

Para esta muestra se ha realizado un total de 7 lavados, donde el ph ha ido disminuyendo por cada lavada en la manera que vemos en la siguiente tabla.

Lavado	ph
1	10
2	9
3	9
4	8
5	8
6	8
7	7

Cuadro 4.5: Componentes de la muestra 1.1.

## **Muestra 1.2**

La siguiente muestra, se realizo con intención de comprobar si un pequeño exceso de catalizador tenía relevancia en la producción del biodiesel.

### Composición

Componente	Cantidad
Aceite cáñola virgen	100 mL
Potasa	0.47 g
Metanol	25 mL

Cuadro 4.6: Componentes de la muestra 1.2.

### Temperatura vs Tiempo en la transesterificación básica

Como se puede observar en la Figura 4.3, durante la reacción se mantuvo la temperatura bastante estable, ya que hemos tenido dificultades con las temperaturas ofrecidas por el agitador magnético. La temperatura aconsejada a mantener es de 55°C, hemos tenido un máximo de 56°C y un mínimo de 50°C en la reacción de la muestra 1.2.

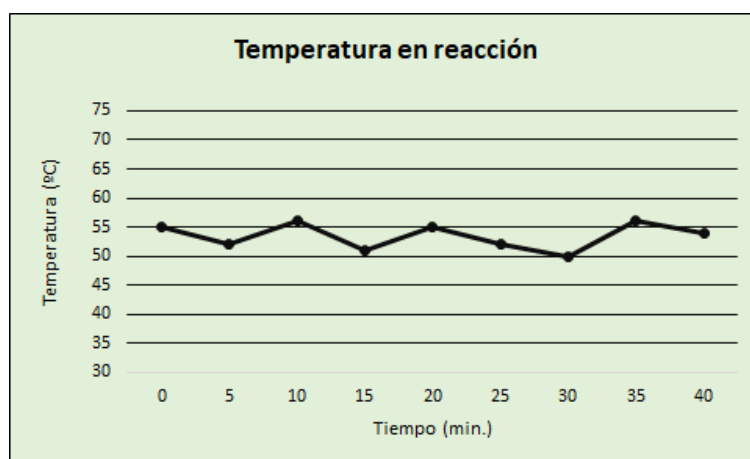


Figura 4.3: Temperaturas durante la reacción de la muestra 1.2.

### Evaluación del ph

Para esta muestra se ha realizado un total de 8 lavados, donde el ph ha ido disminuyendo por cada lavada en la manera que vemos en la siguiente tabla.

Lavado	ph
1	10
2	9
3	9
4	9
5	8
6	8
7	7.5
8	7

Cuadro 4.7: Componentes de la muestra 1.2.

### **Muestra 1.3**

Esta muestra tiene una composición desconocida. La siguiente muestra se extrajo de los desechos de las dos muestras anteriores. Después de terminar los lavados de la Muestra 1.1 y 1.2, nos dimos cuenta que existía una gran cantidad de biodiesel desechado, por lo tanto

se decidió recuperar. Esta muestra demostrará si se puede recuperar biodiesel de los lavados que mantenga los estándares, aún y todo después de mezclar dos tipos de biodieseles.

### 4.2.2. Muestras de aceite reciclado

Para la preparación de la última muestra usaremos aceite reciclado, cuyo origen desconocemos. El punto de recogida de este aceite es la Universidad Iberoamericana de la Ciudad de México.

#### Muestra 2.1

Esta muestra se ha realizado con intención de tener un punto de comparación de aceite usado, que al fin y al cabo va a ser el principal objetivo de este proyecto. La cooperativa trabajaría únicamente con biodiesel cuya materia prima fuera aceite usado. Con esta muestra se valorará si se obtienen resultados parecidos a los biodieseles de aceite virgen.

#### Composición

Componente	Cantidad
Aceite usado	100 mL
Potasa	0.35 g
Metanol	25 mL

Cuadro 4.8: Componentes de la muestra 2.1.

#### Temperatura vs Tiempo en la transesterificación básica

Como se puede observar en la Figura 4.4, durante la reacción se mantuvo la temperatura bastante estable, ya que hemos tenido dificultades con las temperaturas ofrecidas por el agitador magnético. La temperatura aconsejada a mantener es de 55°C, hemos tenido un máximo de 56°C y un mínimo de 51°C en la reacción de la muestra 2.1.

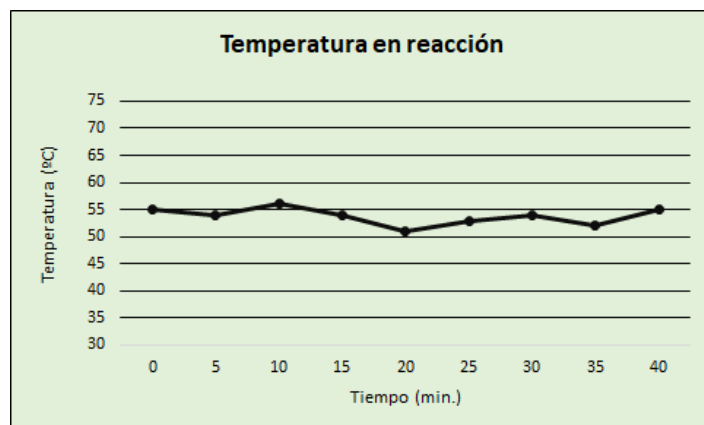


Figura 4.4: Temperaturas durante la reacción de la muestra 2.1.

Evaluación del ph

Para esta muestra se ha realizado un total de 10 lavados, donde el ph ha ido disminuyendo por cada lavada en la manera que vemos en la siguiente tabla. Esta muestra ha sido la que mas lavados ha tenido que recibir.

Lavado	ph
1	9
2	9
3	8
4	8
5	8
6	8
7	8
8	7.5
9	7.5
10	7

Cuadro 4.9: Componentes de la muestra 2.1.



# Capítulo 5

## Resultados y conclusiones

En este apartado se mostrarán los resultados obtenidos de los análisis de las muestras y los resultados de la simulación en el tanque de gasolina. A parte de los resultados, se compartirán las conclusiones que se hayan extraído tras los análisis.

### 5.1. Densidad

Como habíamos dicho anteriormente y establecido como objetivo, nuestras muestras entran en los parámetros de densidad establecidos por la ASTM. Volviendo a la Figura 3.1, la densidad debe estar en el rango de 0.87 y 0.89, en la Figura 5.1 lo demuestra. Este será uno de los datos relevantes para realizar la simulación CFD de cada muestra de biodieles en el tanque de gasolina.

Muestra	Densidad relativa ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
1.1	0.8884
1.2	0.8952
1.3	0.8928
2.1	0.8945

Cuadro 5.1: Densidad de cada muestra.

### 5.2. Viscosidad

Como habíamos dicho anteriormente y establecido como objetivo, nuestras muestras entran en los parámetros de viscosidad establecidos por la ASTM. Volviendo a la Figura 3.1, la viscosidad debe estar en el rango de 1.9 y 6.0 a 40°C, pero en la Figura 5.2 existen muestras que no lo cumplen, esto es debido a que los análisis se realizaron a 20°C en vez de a 40°C. Pero los valores de viscosidad cinemática del biodiesel a temperatura ambiente deben estar comprendidos entre 4.0 y 8.0 cP. Este será otro de los datos relevantes para realizar la simulación CFD de cada muestra de biodieles en el tanque de gasolina.

Muestra	Viscosidad cinemática (cP)
1.1	7.401
1.2	7.874
1.3	6.885
2.1	5.795

Cuadro 5.2: Viscosidad de cada muestra.

### 5.3. Cromatografía

En las cromatografías obtenidas para las muestras de biodiesel, se puede observar que se han detectado todos los ésteres correspondientes a los ácidos grasos que contenía el aceite. Se han interpretado debido al peso molecular que tiene cada ácido graso. El más pesado se ha supuesto que tiene el máximo tiempo de retención en la columna y así sucesivamente. El dato que nos ofrece el tiempo de retención pertenece a los números que estan dentro del área de la función.

Como conclusión respecto las muestras, hemos obtenido resultados favorables, ya que hemos convertido todos los ácidos grasos en ésteres en la reacción y no ha habido pérdidas y también, hemos obtenido unas muestras bastante puras. A modo informativo, en las cromatografías de las muestras 1.2 y 2.1, se puede observar un pico llamativo al principio, pero no corresponde a ningún ester, corresponde al solvente utilizado. Al principio también se puede observar un pico no tan pronunciado, sin contar el del solvente explicado anteriormente. Este pico hace referencia a que en nuestras muestras existe cierta cantidad de metanol que con los lavados no se ha eliminado. Otro dato interesante es que al final de todas las cromatografías de las muestras vemos que existe cierta oxigenación por el descenso gradual que se observa.

Para la identificación de los ésteres y para que se pueda obtener una información más visual, seguido de cada cromatografía se podrá observar una tabla, la cuál hace referencia al tiempo de retención de cada éster y la relación que existe con este último y los pesos moleculares de cada ácido graso.

#### Muestra 1.1

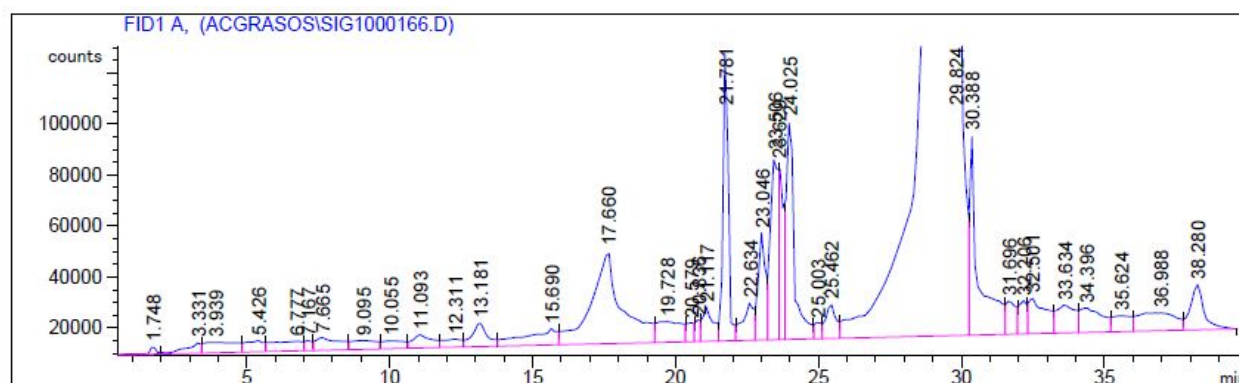


Figura 5.1: Cromatografía para la determinación de los ácidos grasos de la muestra 1.1.

Éster	Fracción peso	Peso molecular teórico (g/mol)	Tiempo de retención
Palmitate metílico	0.05	256.40	17.66
Estearate metílico	0.02	284.48	30.38
Oleate metílico	0.61	282.47	29.82
Linoleate metílico	0.11	280.24	24.02
Linolenate metílico	0.22	278.43	21.78

Cuadro 5.3: Tiempo de retención de los ésteres en la muestra 1.1.

## Muestra 1.2

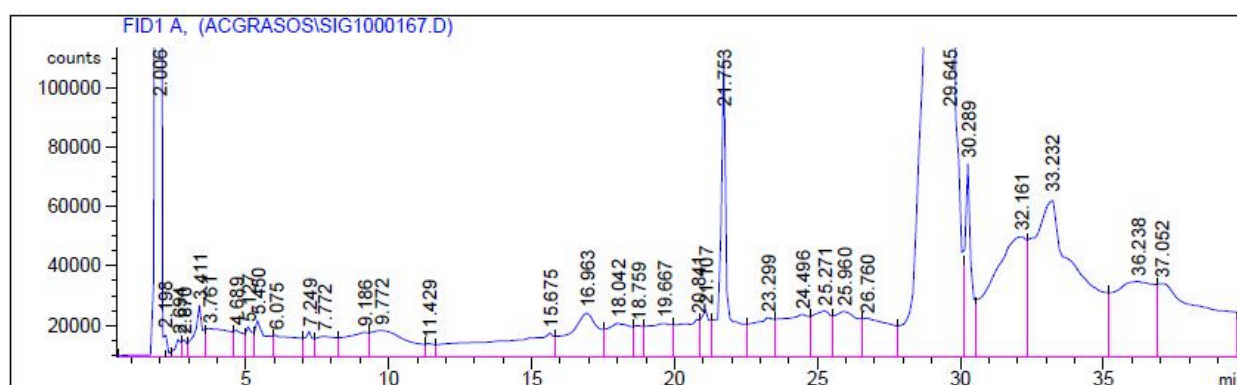


Figura 5.2: Cromatografía para la determinación de los ácidos grasos de la muestra 1.2.

Éster	Fracción peso	Peso molecular teórico (g/mol)	Tiempo de retención
Palmitate metílico	0.05	256.40	16.96
Estearate metílico	0.02	284.48	30.28
Oleate metílico	0.61	282.47	29.64
Linoleate metílico	0.11	280.24	24.49
Linolenate metílico	0.22	278.43	21.75

Cuadro 5.4: Tiempo de retención de los ésteres en la muestra 1.2.

## Muestra 1.3

Esta muestra era la mezcla entre la muestra 1.1 y 1.2, lo que ha demostrado la cromatografía. Aunque se puede observar un mayor parecido a la 1.2. Esto quiere decir que se desperdició en los lavados más muestra de 1.2 que de 1.1. También, demuestra que si que es posible reciclar biodiesel de los desechos de los lavados y obtener buenos resultados.

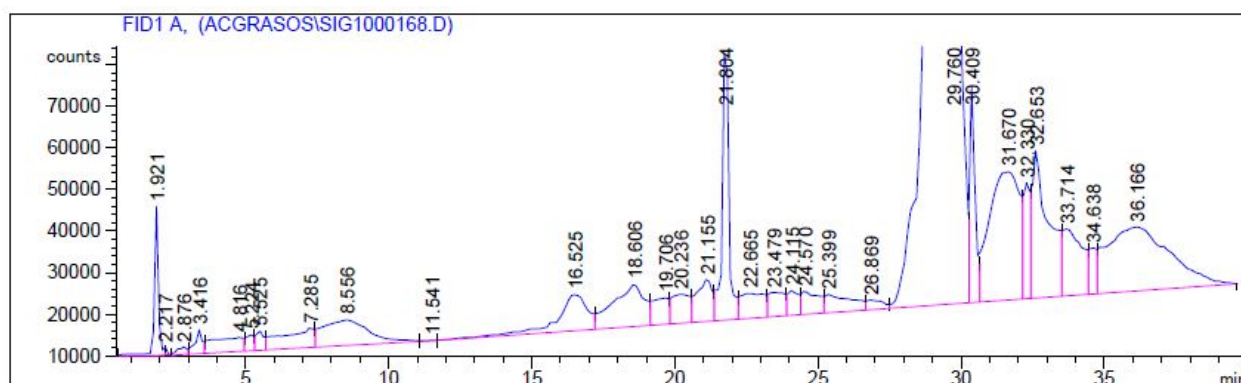


Figura 5.3: Cromatografía para la determinación de los ácidos grasos de la muestra 1.3.

Éster	Fracción peso	Peso molecular teórico (g/mol)	Tiempo de retención
Palmitate metílico	0.05	256.40	18.60
Estearate metílico	0.02	284.48	30.40
Oleate metílico	0.61	282.47	29.76
Linoleate metílico	0.11	280.24	24.57
Linolenate metílico	0.22	278.43	21.80

Cuadro 5.5: Tiempo de retención de los ésteres en la muestra 1.3.

## Muestra 2.1

Al pertenecer el biodiesel de esta muestra a un aceite usado reciclado y no saber de que tipo es o incluso pertenecer a la mezcla de varios tipos de aceite, se intentarán obtener algunos ésteres e identificarlos en la tabla. En esta tabla, a diferencia de las anteriores, no vendrá representada la fracción en peso, ya que la desconocemos.

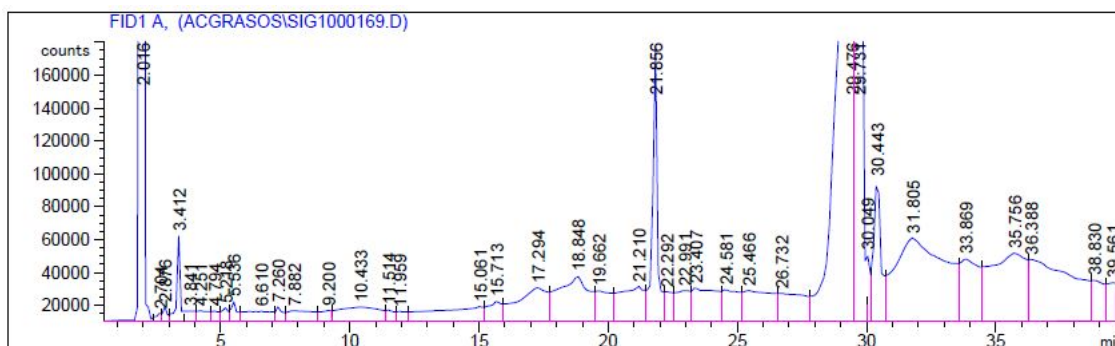


Figura 5.4: Cromatografía para la determinación de los ácidos grasos de la muestra 2.1.

Éster	Peso molecular teórico (g/mol)	Tiempo de retención
Estearate metílico	284.48	30.43
Oleate metílico	282.47	29.75
Linolenate metílico	278.43	21.85

Cuadro 5.6: Tiempo de retención de los ésteres en la muestra 1.3.

### Aceite de cánoa virgen

En esta cromatografía, al igual que en algunas de las anteriores, el primer pico representado pertenece al solvente utilizado. El segundo pico corresponde al alcohol que se usó para la preparación de la muestra antes del análisis. Esta cromatografía nos ha sido útil como patrón de comparación para la del aceite usado y para ver que existe cierto desfase en los picos en comparación con las muestras. Esto se debe a que en el aceite siguen siendo ácidos grasos y en el biodiesel ya son ésteres.

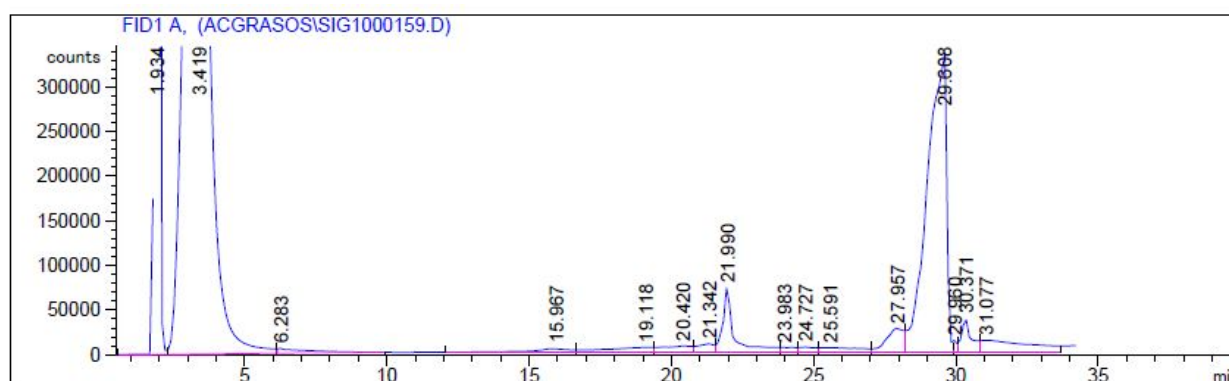


Figura 5.5: Cromatografía para la determinación de los ácidos grasos de aceite de cánoa virgen.

### Aceite reciclado

Definitivamente, tras realizar la cromatografía del aceite reciclado no se ha podido identificar el tipo de aceite que es, ya que podría ser la mezcla de varios tipos. Al compararla con la de aceite de cánoa virgen como patrón, se puede concluir que tiene un alto contenido en oléico y que existen varios ácidos grasos, pero son muy complicados de interpretar, ya que no se presentan picos claros. Por eso esta materia prima lo más seguro es que pertenezca a una mezcla de aceites.

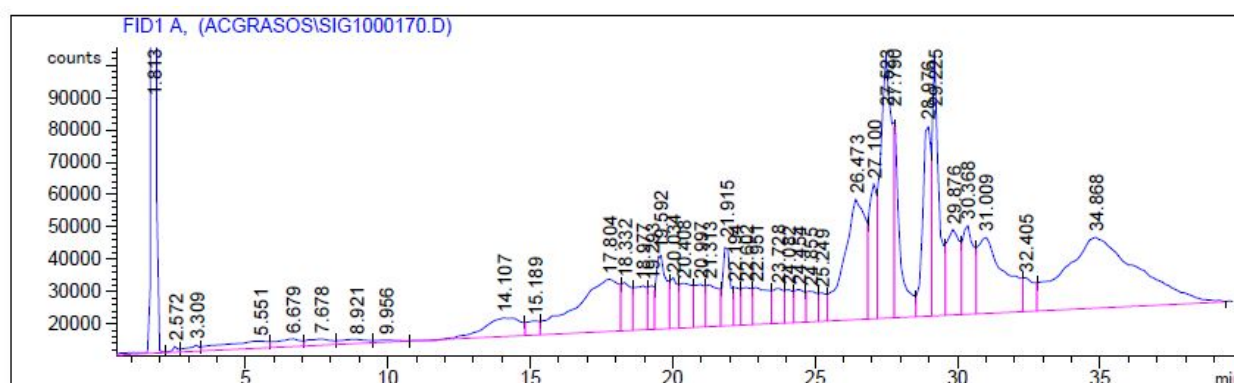


Figura 5.6: Cromatografía para la determinación de los ácidos grasos de aceite usado desconocido.

## 5.4. Espectrometría infrarroja

En este apartado se podrán observar los resultados de la espectrometría infrarroja para nuestras muestras de biodiesel. Para detectar los grupos funcionales, estos están representados dentro de bandas o rangos. Al no existir grandes cambios entre las distintas muestras de biodiesel, se interpretarán todas las gráficas a la vez primero. La única diferencia que se podría apreciar entre ellas es que tienen distintas intensidades de picos, aunque esa información no tiene cabida para descifrar los grupos funcionales. Una vez realizadas las interpretaciones comunes, se hablará de los picos que cambian respecto una espectrometría de aceite virgen.

Comenzando por la izquierda de las gráficas, los picos que se observan entre  $3000$  y  $3500\text{ cm}^{-1}$  pertenecen a interacciones con grupos  $OH$ . Estos grupos aparecen ya que se ha lavado cada muestra y aún queda algo de humedad o porque existen remanentes de metanol no reaccionado. Pero como se puede observar el pico es mínimo y tendríamos unas muestras aceptables. Después, entre  $2800$  y  $3000\text{ cm}^{-1}$ , los cuales representan enlaces  $CH$  y  $CH_2$ . Los picos que se aproximan a  $1721\text{ cm}^{-1}$  representa un movimiento típico llamado rocking entre  $CH_2$ . Además de los picos cercanos a  $3000\text{ cm}^{-1}$ , también existen otras pertenecientes a grupos  $OH$  que están comprendidas entre  $1380$  y  $1460\text{ cm}^{-1}$ . Para finalizar con la interpretación de todas las muestras, se ha dejado lo que más nos interesa de estos análisis, los ésteres. Es interesante que aparezcan representados ya que ofrecen más energía a la hora de la combustión en el depósito. En nuestras muestras se observan tres picos relacionados con ésteres. Se ve un enlace doble  $CO$  entre  $1730$  y  $1775\text{ cm}^{-1}$  y otros dos enlaces simples  $CO$  entre  $1180$  y  $1300\text{ cm}^{-1}$ . Los picos que existen de  $1180\text{ cm}^{-1}$  hacia abajo, se denominan como huella digital, la cual es característica de cada muestra y es difícil de interpretar.

Las apreciaciones que se harían si se compararía con una espectrometría infrarroja de un aceite de cáñola virgen, sería por un lado, que los picos centrales no varían debido a que no ocurrieron cambios químicos en el ácido graso. Por otro lado, los cambios interesantes que se apreciarían, serían en los picos aproximados de  $1439$  y  $1458\text{ cm}^{-1}$ , pertenecientes a nuevos grupos formados de  $CH$ , y el pico aproximado a  $1192\text{ cm}^{-1}$ , fruto de hidrataciones del carbono.

## Muestra 1.1

Aquí se muestra la espectrometría infrarroja de la muestra 1.1.

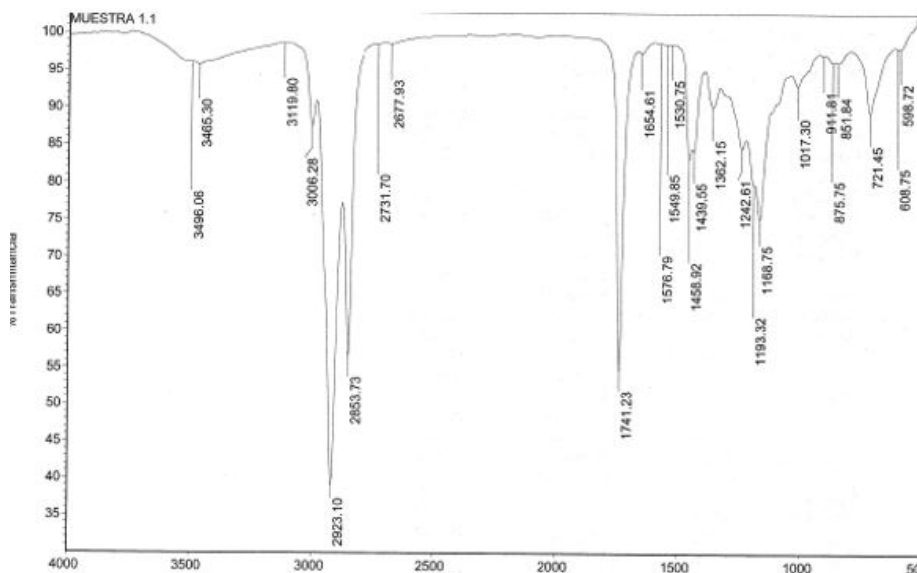


Figura 5.7: Espectrometría infrarroja de la muestra 1.1.

## Muestra 1.2

Aquí se muestra la espectrometría infrarroja de la muestra 1.2.

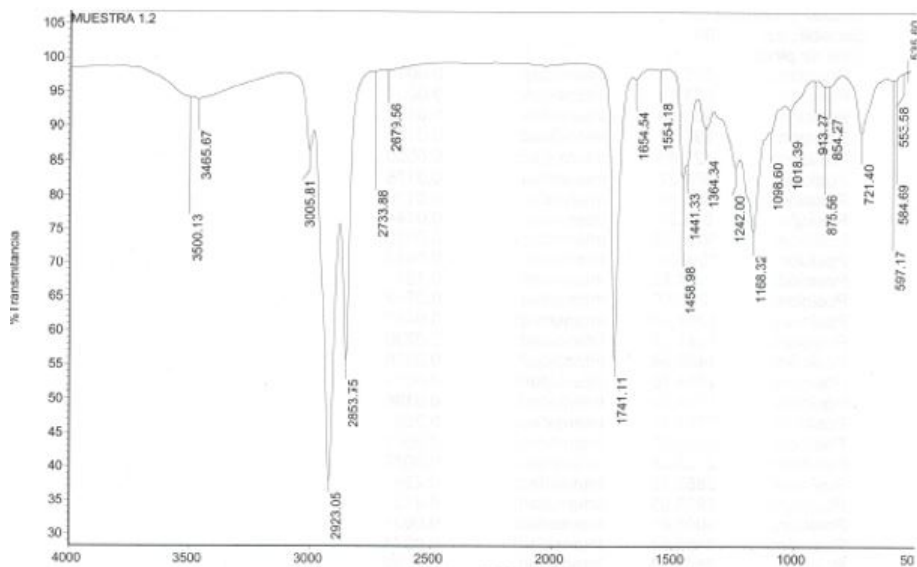


Figura 5.8: Espectrometría infrarroja de la muestra 1.2.



**Muestra 1.3**

Aquí se muestra la espectrometría infrarroja de la muestra 1.3.

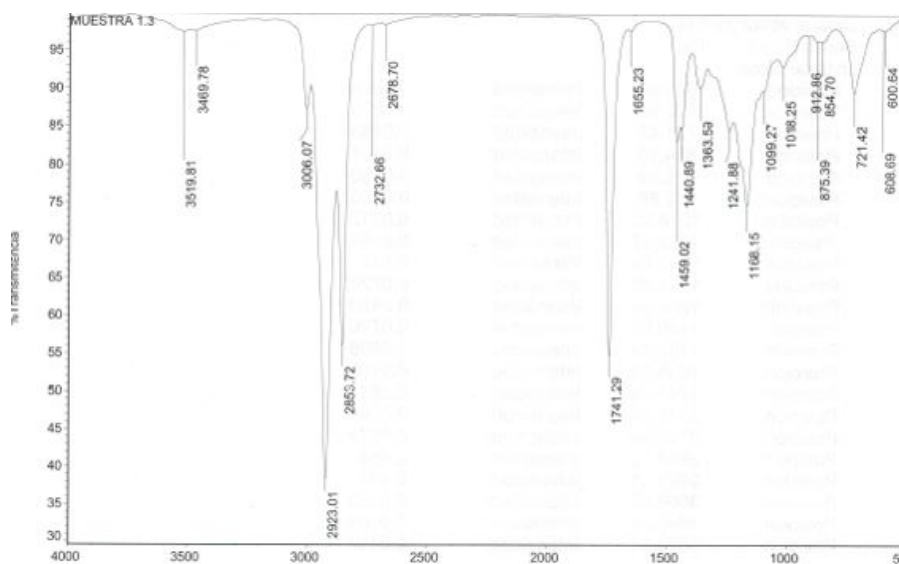


Figura 5.9: Espectrometría infrarroja de la muestra 1.3.

**Muestra 2.1**

Aquí se muestra la espectrometría infrarroja de la muestra 2.1.

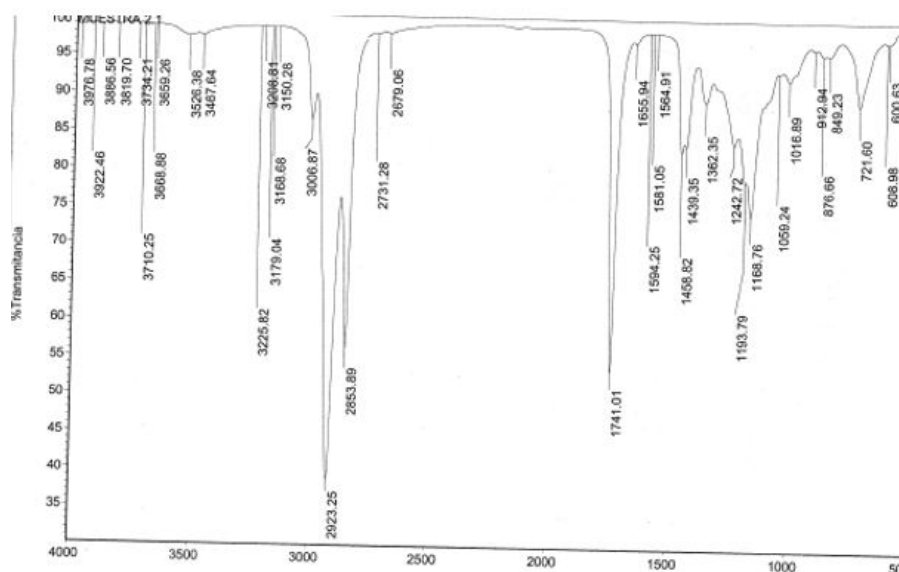


Figura 5.10: Espectrometría infrarroja de la muestra 2.1.



## 5.5. Simulación CFD

En esta sección únicamente se mostrarán imágenes del principio y el final de las animaciones, con sus correspondientes estudios. Para ver las animaciones completas, se podrá recurrir a la siguiente página web (<https://rodriguezasierreros.blogspot.com/2019/05/simulacion-cfd-en-un-deposito-llenado.html>), donde se muestran las animaciones completas y se podrá observar el llenado completo del depósito.

### 5.5.1. Depósito completo

Se puede ver que el depósito se llena correctamente. Se puede comprobar en la gráfica de volumen total que el fluido entra de manera constante, sin altibajos. La función aumenta de manera lineal, lo que significa que no hay parones mientras se llena. En cambio, se puede comprobar que en la gráfica de presión, sobre el segundo 40 existe un aumento de presión excesivo. Este suceso puede suceder porque ya ha llegado a la altura de la manguera el nivel de biocombustible, entonces se detecta un aumento de presión.

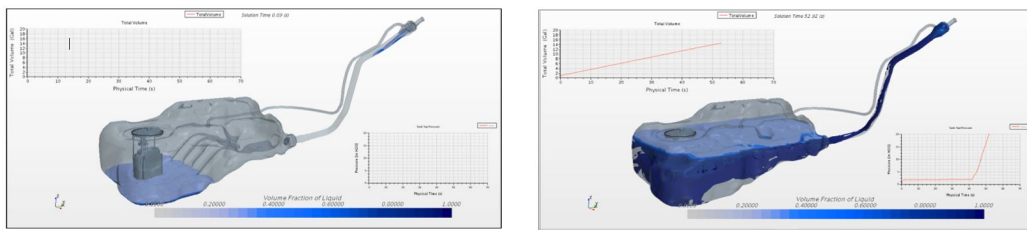


Figura 5.11: Llenado del depósito (Vista completa)

### 5.5.2. Entrada del depósito

En la simulación de la entrada, se ve que no existe ningún tipo de problema durante el llenado. Como se puede observar no existe ningún cambio de ángulo brusco en la compuerta de entrada al depósito. Porque como ya hemos visto en la anterior simulación, la entrada de biocombustible es constante todo el tiempo y no hay cambios bruscos en el flujo de entrada.

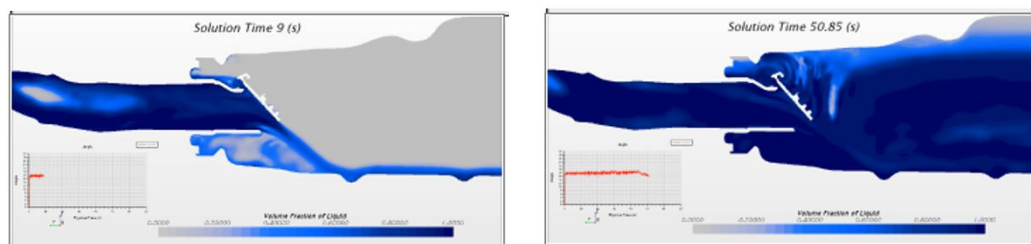


Figura 5.12: Llenado del depósito (Vista sección de entrada)

### 5.5.3. Entrada de manguera

En esta simulación se comprueba que efectivamente existe cierto efecto rebote, el cual se pretendía evitar. En esta simulación se ve que el depósito de entrada de la manguera sufre una ascenso de efecto venturi. Esto quiere decir que en vez de expulsar biocombustible está comenzando a aspirarlo, que es todo lo que no queríamos. Por lo tanto, el depósito se empieza llenar y esto es perjudicial, ya que podría empezar a desbordarse y manchar al usuario que esta efectuando la labor del llenado.

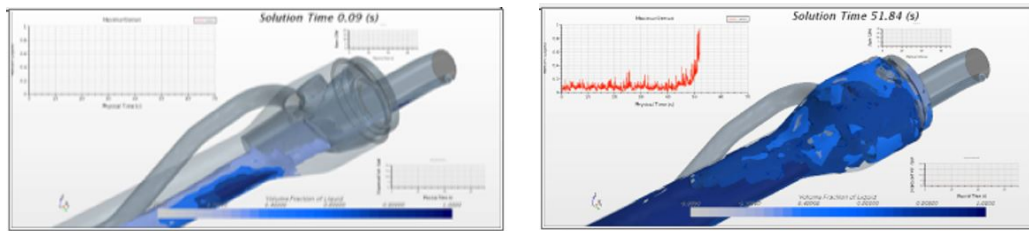


Figura 5.13: Llenado del depósito (Vista sección de entrada de la manguera)

# Capítulo 6

## Futuros trabajos

Debido a circunstancias y factores ajenos al autor de este proyecto, no se han podido realizar ciertos objetivos. Se pretende realizar en un futuro una recta de calibrado, de la cual se tienen calculadas todas las concentraciones teóricas de los ésteres que tiene el biodiesel. Con la realización de esta gráfica, se podría obtener una aproximación de la concentración real de ésteres que tienen las muestras de biodiesel.

También, se pretende realizar un análisis para cuantificar el índice de cetanos. Con esto se podrá saber cuanto tiempo transcurre entre la inyección de nuestro biocombustible y el comienzo de su combustión, es decir, el intervalo de encendido. Para saber si nuestras muestras son de buena calidad, debería dar un resultado tal que demuestre que se va a producir una ignición rápida seguida de un quemado total y uniforme del carburante.



# Bibliografía

- [1] Energy Information Administration. Obtenido de <https://www.eia.gov/beta/international/analysis.php> a fecha de 15 de febrero de 2019.
- [2] BETA. Obtenido de <https://www.betalabservices.com/espanol/biocombustibles/biodiesel-biomezclas.html> a fecha de 20 de febrero de 2019.
- [3] Journey to Forever. Obtenido de <http://journeytoforever.org/es/biocombustibles/biodiesel-vehiculo.cgi> a fecha de 29 de febrero de 2019.
- [4] Gafar, A., Widodo, J., Sidjabat, O., Legowo, E., Rahman, M., Harimurti, K., . . . Iskandar, N. (1995). Preparation of palm oil esters-diesel fuel mix and its performance test on stationary engine. Proceedings of PORIM BIOFUEL.
- [5] Tickell, J. (2000). From the fryer to the fuel tank, The complete guide to using vegetableoil as an alternative fuel. Tickell Energy Consulting.
- [6] Schumacher, L., Kolb, T., & Borgelt, S. (1994). Biodiesel: World Status. University of Missouri.
- [7] Masjuki, H., Zaki, A., & Sapuean, S. (1993). A rapid test to measure performance, emissionsand wear of a diesel engine fueled with palm oil diesel. Jaocs.
- [8] Sapuan, S., Masjuki, H., & Azlan, A. (1996). The use of palm oil as diesel substitute. Proceedings of Imech.
- [9] Masjuki, H., Abdulmuin, M., & Miasted, H. (1996). Investigations on preheated palm oil-methyl esters in the diesel engine. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers.
- [10] Agudelo, J., Pena, D., & Mejía, R. (2001). Pruebas de desempeño del ester metílico de aceitede palma en un motor diesel. Revista Energética.
- [11] Choy, C., Bower, G., & Rertz, R. (s.f.). Effects of biodiesel blended fuels and multipleinjections on DI diesel engines. SAE technical paperseries.
- [12] Swain, E., & Shaeed, A. (2000). An experimental study to evaluate the use of coconut based fuelsas alternatives to diesel oil. Journal of the institute of Energy.
- [13] Schafer, & Ansgar. (1995). The use of biofuel in modern diesel engines. Proceedings of PORIM BIOFUEL.

- [14] Staat, Frederic, Gatau, & Paul. (1995). The effects of rapeseed oil methyl ester on diesel engineperformance, exhaust emissions and long-term behavior - a summary of three years of experimentation. SAE .
- [15] Tinaut, F., Melgar, A., Briceno, Y., & Castaño, V. (1998). Comportamiento del ester-metílico de girasol como combustible en motores diesel. Universidad de Valladolid.
- [16] Reoil. Obtenido de <http://www.reoil.net> a fecha de 23 de enero de 2019.
- [17] Moreco. Obtenido de <https://www.moreco.com.mx> a fecha de 23 de enero de 2019.
- [18] Recolección aceite. Obtenido de <http://www.recoleccionaceite.com> a fecha de 23 de enero de 2019.
- [19] Arcelus Arrillaga, P. M., Klimova Berestneva, T., Lemus Barajas, G., Jiménez Curiel, C., & Turcio Ortega, D. (2015). Curso práctico multidisciplinar de Fisicoquímica.
- [20] Instrumentos de medición. Obtenido de <http://instrumentosdemedicion.org/densidad/densimetro/> a fecha de 3 de abril de 2019.
- [21] Soviquim. Obtenido de <https://www.soviquim.cl/filtro-v/3478-viscosimetro-de-ostwald.html> a fecha de 5 de abril de 2019.
- [22] Wikipedia. Obtenido de [https://es.wikipedia.org/wiki/Cromatografía\\_de\\_gases](https://es.wikipedia.org/wiki/Cromatografía_de_gases) a fecha de 3 de mayo de 2019.
- [23] Arcelus Arrillaga, P.M. (2016). Heavy oil upgrading through oxidative cracking in near-critical and supercritical water. Imperial College London
- [24] Quiored. Obtenido de <https://www.ugr.es/quioired/espec/ir.htm> a fecha de 5 de mayo de 2019.
- [25] EHU. Obtenido de <http://www.ehu.eus/imacris/PIE06/web/IR.htm> a fecha de 9 de mayo de 2019.
- [26] ESSS. Obtenido de <https://www.esss.co/blog/es/dinamica-de-fluidos-computacional-que-es/> a fecha de 8 de mayo de 2019.
- [27] Mitocondria científica. Obtenido de <http://mitocondriacientifica.blogspot.com/2016/09/bioelementos-los-lipidos-i.html> a fecha de 20 de abril de 2019.